

PN - JP2002081857 A 20020322

PD - 2002-03-22

PR - JP20000262751 20000831

OPD - 2000-08-31

TI - REAR GAS RECOVERING METHOD AND DEVICE THEREFOR

IN - TERAJIMA MITSUSHINA; FURUYA SHINJI; MORIMOTO HIDETOSHI

PA - ULVAC KURAIO KK

IC - F25J3/08 ; C23C14/34 ; C23C16/44

TI - Process gas recovery for vacuum process chamber, involves arranging cryo pump before vacuum pump to condense residual gas and recover process gas by purifier having process gas absorber

PR - JP20000262751 20000831

PN - JP2002081857 A 20020322 DW200403 F25J3/08 005pp

PA - (ULVA ) ULVAC CRYO KK

IC - C23C14/34 ;C23C16/44 ;F25J3/08

AB - JP2002081857 NOVELTY - A cryo pump (5) is connected between a vacuum chamber (1) and a turbo-molecular suction pump (26), and a vacuum pump (27) connected in sequence. The residual gas is condensed by the cryo pump. The condensate is passed through a purifier (6) having process gas absorbent. The separated process gas is stored in a storage vessel connected to the vacuum chamber.

- DETAILED DESCRIPTION - An INDEPENDENT CLAIM is also included for process gas recovery apparatus.

- USE - Used for recovering rare gas, especially krypton and xenon, from residual gas evacuated from a vacuum process chamber.

- ADVANTAGE - The process ensures the reliable recovery of process gas for long time as a turbo-molecular pump is used to control the internal pressure to cryo pump in order to condense residual gas.

- DESCRIPTION OF DRAWING(S) - The figure shows a schematic view of the process gas recovery apparatus.

- Vacuum chamber 1

- Cryo pump 5

- Purifier 6

- Suction pump 26

- Vacuum pump 27

- (Dwg.1/1)

OPD - 2000-08-31

AN - 2004-025449 [03]

PN - JP2002081857 A 20020322

PD - 2002-03-22

AP - JP20000262751 20000831

IN - FURUYA SHINJI;TERAJIMA MITSUSHINA;MORIMOTO HIDETOSHI

PA - ULVAC KURAIO KK

TI - REAR GAS RECOVERING METHOD AND DEVICE THEREFOR

AB - PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a method and a device for recovering rear gas in gas exhausted out of a vacuum chamber for a long period of time.

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開2002-81857

(P2002-81857A)

(43)公開日 平成14年3月22日 (2002.3.22)

(51)Int.Cl.  
F 25 J 3/08  
C 23 C 14/34  
16/44

識別記号

F I  
F 25 J 3/08  
C 23 C 14/34  
16/44

テ-マ-ト\*(参考)  
4 D 0 4 7  
M 4 K 0 2 9  
E 4 K 0 3 0

審査請求 未請求 請求項の数5 O.L (全5頁)

(21)出願番号 特願2000-262751(P2000-262751)

(22)出願日 平成12年8月31日 (2000.8.31)

(71)出願人 591176306  
アルパック・クライオ株式会社  
神奈川県茅ヶ崎市矢畠1222-1  
(72)発明者 降矢 新治  
神奈川県高座郡寒川町宮山1232-3  
(72)発明者 寺島 充級  
神奈川県茅ヶ崎市小和田1-2-43  
(72)発明者 森本 秀敏  
神奈川県平塚市西八幡1丁目9-41-203  
(74)代理人 100060025  
弁理士 北村 欣一 (外1名)

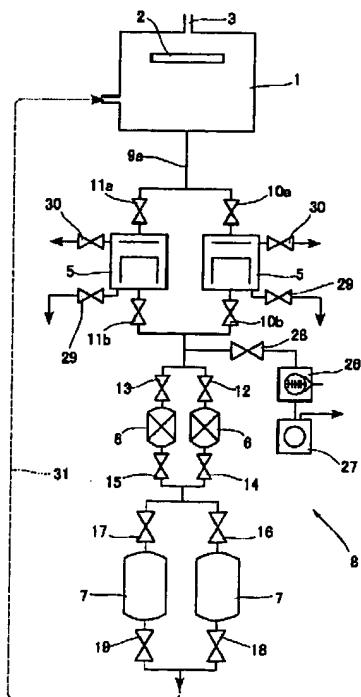
最終頁に続く

(54)【発明の名称】 希ガス回収方法及び希ガス回収装置

(57)【要約】

【課題】長時間に亘り真空室から排気されるガス中から希ガスを回収する方法と装置を提供する。

【解決手段】真空室1内から放出されるガス中の希ガスを含む一部のガスを、クライオポンプ5内の圧力を制御してその内部に一旦凝縮させ、該凝縮したガスを再蒸発させて希ガス以外のガスを吸着するゲッター材を備えたガス精製器6を通過させ、通過した希ガスを希ガス貯留容器7に貯留する。真空室には、複数の温度の異なる冷却面を有するクライオポンプ5と希ガスを捕捉しないゲッター材を用いたガス精製器6及び希ガス貯留容器7を接続し、クライオポンプ5にその内圧を制御するターボ分子ポンプ26と粗引きポンプ27を順次に接続する。クライオポンプ5を真空室に接続したターボ分子ポンプ9のフォア側に接続してもよい。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】真空室内から放出されるガス中の希ガスを含む一部のガスを、クライオポンプ内の圧力を制御してその内部に一旦凝縮させ、該凝縮したガスを再蒸発させて希ガス以外のガスを吸着するゲッター材を備えたガス精製器を通過させ、通過した希ガスを希ガス貯留容器に貯留することを特徴とする希ガス回収方法。

【請求項2】真空室に、機械式冷凍機を用いた複数の温度の異なる冷却面を有するクライオポンプと希ガスを捕捉しないゲッター材を用いたガス精製器及び希ガス貯留容器を順次に接続し、該クライオポンプにその内圧を制御するターボ分子ポンプと粗引きポンプを順次に接続したことを特徴とする希ガス回収装置。

【請求項3】上記クライオポンプを上記真空室に接続したターボ分子ポンプのフォア側に接続したことを特徴とする請求項2に記載の希ガス回収装置。

【請求項4】上記クライオポンプ、ガス精製器及び希ガス貯留容器は、それぞれ複数台を並列に設けて交互に使用可能としたことを特徴とする請求項2に記載の希ガス回収装置。

【請求項5】上記希ガス貯留容器からこれに貯留した希ガスを上記真空室へ循環させる戻り管を設けたことを特徴とする請求項2に記載の希ガス回収装置。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、真空成膜装置などの希ガスを使用する真空室から希ガスを回収する方法と装置に関する。

## 【0002】

【従来の技術】従来、真空成膜装置の真空室にKrガスやXeガスなどの希ガスが混入したガスを使用して成膜することが行われているが、その用済み後には希ガスは真空成膜装置の排気系から大気に放出されるようになっている。すなわち、真空成膜装置の排気系には、ターボ分子ポンプやクライオポンプが使用されており、これらのポンプは排気した気体はそのまま大気に放出する仕組みになっている。

【0003】また、活性炭などの多孔質物質のターゲット材を使用したガス精製器で、ガス中からH<sub>2</sub>O、N<sub>2</sub>、O<sub>2</sub>、CO、CO<sub>2</sub>、CH<sub>4</sub>、H<sub>2</sub>などの不純物を除去して希ガスに精製することも行われている。

## 【0004】

【発明が解決しようとする課題】真空成膜装置において使用されるガス中からガス精製器により希ガスを回収する場合、ガス中の不純物濃度が高いとガス精製器が短時間で吸着飽和状態になってゲッター材の交換が必要になり、真空成膜装置のランニングコストが高価になるのみならず、ゲッター材交換の煩わしさを伴う。

【0005】本発明は、長時間に亘り真空室から排気されるガス中から希ガスを回収する方法と装置を提供する

ことをその目的とするものである。

## 【0006】

【課題を解決するための手段】本発明では、真空室内から放出されるガス中の希ガスを含む一部のガスを、クライオポンプ内の圧力を制御してその内部に一旦凝縮させ、該凝縮したガスを再蒸発させて希ガス以外のガスを吸着するゲッター材を備えたガス精製器を通過させ、通過した希ガスを希ガス貯留容器に貯留することにより、希ガスを長時間にわたり回収するようにした。本発明の

10 上記目的は、真空室に、機械式冷凍機を用いた複数の温度の異なる冷却面を有するクライオポンプと希ガスを捕捉しないゲッター材を用いたガス精製器及び希ガス貯留容器を順次に接続し、該クライオポンプにその内圧を制御するターボ分子ポンプと粗引きポンプを順次に接続した構成の装置により達成される。該クライオポンプを該真空室に接続したターボ分子ポンプのフォア側に接続してもよい。該クライオポンプ、ガス精製器及び希ガス貯留容器は、それぞれ複数台を並列に設けて交互に使用可能とすることで、より一層長時間の回収を行える。該希ガス貯留容器からこれに貯留した希ガスを該真空室へ循環させる戻り管を設けることで、回収された希ガスを有効利用してコストダウンが可能になる。

## 【0007】

【発明の実施の形態】図面に基づき本発明の実施の形態を説明すると、図1において符号1は真空成膜装置を構成する真空に排気された真空室を示し、該真空室1内にはKrやXeなどの希ガスを含む成膜ガスがガス導入口3から導入され、該真空室1内に用意した基板2にスパッタリング法やプラズマCVD法などの成膜方法により薄膜が形成される。該成膜ガスは、適当なガス源から供給され、ターボ分子ポンプなどの適当なポンプにより排気されて成膜に必要な流量が該真空室1内に確保される。

30 20 【0008】こうした構成は一般的な真空成膜装置が備える構成であるが、本発明では成膜ガスに含まれる希ガスを回収するため、該真空室1に、直接若しくは間接にクライオポンプ5とガス精製器6及び希ガス貯留容器7を順次に接続した構成の希ガス回収系8を設けた。これらクライオポンプ5、ガス精製器6及び希ガス貯留容器7は交代で作動できるように並列に複数台ずつ設けられ、これらの機器の交代使用により、長時間に亘る希ガス回収作動を行うようにした。該回収系8は、図1のように該真空室1の作動中の排気をターボ分子ポンプ9で排気する場合は、該ターボ分子ポンプ9のフォア側9aに接続され、該真空室1の排気をクライオポンプで排気する場合は、図2のように、該真空室1に直接接続される。符号10乃至19は、各機器の間に設けた開閉バルブである。

40 10 【0009】該クライオポンプ5には機械式冷凍機を用いた冷却温度の異なる複数の冷却面を有する公知のクラ

イオポンプが使用され、130～150Kの低温になるバッフル20と、50～60Kの低温が生成されるクライオパネル21の2段を持つクライオポンプを使用した。その詳細は図3に示す如くであり、ポンプケース22の内部に機械式冷凍機23により作動されて冷却される2段のコールドヘッド24a、24bを備え、コールドヘッド24aにはシールド25を介して該バッフル20を取付け、コールドヘッド24bには該クライオパネル21が取付けられる。該クライオポンプ5には、ポンプケース22の内部がポンプ作動を開始できるような真空中に排気するため及びその内圧を制御するための小型のターボ分子ポンプ26および粗引きポンプ27が開閉バルブ28を介して接続される。符号29はクライオポンプ5の再生時に内部に溜まるH<sub>2</sub>Oを排出するドレンバルブ、30は大気開放バルブである。

【0010】また、該ガス精製器6も公知のもので、一般ガスを吸着捕捉するが希ガスを捕捉しない活性炭素などのゲッター材を封入したガス流入口とガス流出口を有する容器で構成され、クライオポンプ5からのガスがガス流入口からガス流出口へ流れるとき、該ゲッター材によりガス中のH<sub>2</sub>O、N<sub>2</sub>、O<sub>2</sub>、CO、CO<sub>2</sub>、CH<sub>4</sub>、H<sub>2</sub>などの一般ガスが不純物として捕捉されて除去され、ガスが精製される。

【0011】該ガス精製器6に統いて設けられた希ガス貯留容器7は、ガス流入口とガス流出口を備えた公知のガス容器で構成され、該ガス精製器6を通過することで不純物が除去され精製された希ガスが貯留される。該希ガス貯留容器7のガス流出口は、希ガスの需要先に接続され、図示の場合は真空室1へ戻り管31で接続して再使用するようにした。

【0012】KrやXeの希ガスの蒸気圧は、図4に見られるように、H<sub>2</sub>Oよりも高く、H<sub>2</sub>、N<sub>2</sub>、O<sub>2</sub>よりも低い。本発明では、原則としてこの蒸気圧の差を利用して希ガスの精製を行うが、KrとCH<sub>4</sub>、XeとCO<sub>2</sub>は蒸気圧が近いので蒸気圧差による分離は困難であるから、ガス精製器6のゲッター材によりCH<sub>4</sub>とCO<sub>2</sub>に対する精製分離を行うようにした。この蒸気圧の差を利用して、クライオポンプ5の1段側のバッフル20の温度を130～150Kに制御してH<sub>2</sub>Oを吸着排気する冷却面とし、その2段側のクライオパネル21の温度を50～60Kに制御してKrやXeを吸着排気する冷却面とした。

【0013】該バッフル20を130Kに温度設定した場合、H<sub>2</sub>Oの分圧は10<sup>-8</sup>Paで、Kr、Xeの分圧は夫々10<sup>5</sup>Paと6000Paである。この状態では、H<sub>2</sub>OとKr、Xeの間には大きな蒸気圧の差があるので、該バッフル20にはH<sub>2</sub>Oのみが凝縮する。そして2段側のクライオパネル21の温度を50Kに設定すると、H<sub>2</sub>の分圧は10<sup>5</sup>Pa以上、N<sub>2</sub>の分圧は300Pa以上、O<sub>2</sub>の分圧は20Paになり、Kr、X

eの各分圧は0.02Paと10<sup>-6</sup>Paになる。従って、小型のターボ分子ポンプ26により該クライオポンプ5の内圧を1～0.1Paになるように制御すれば、H<sub>2</sub>、N<sub>2</sub>、O<sub>2</sub>はクライオポンプ5のクライオパネル21に凝縮せずに大気中へ排出することができる。一般的に、真空成膜装置などの真空室から放出されるガスの大部分は、H<sub>2</sub>OやH<sub>2</sub>であり、これらのガスが下記のようにガス精製器6のゲッター材に捕捉されないようにすることで、ゲッター材の寿命を延ばせ、希ガスの回収が可能になる。

【0014】図1に示した装置により真空室1内から放出される希ガスを回収する場合、高真空に排気した希ガス貯留容器7をセットしてその両側の開閉バルブ16～19を閉じておく。更に開閉バルブ10、11、14、15およびドレンバルブ29、大気開放バルブ30も閉じておく。そしてクライオポンプ5の内部を小型のターボ分子ポンプ26または粗引きポンプ27を作動させて排気し、該クライオポンプ5を運転可能な真空状態としたのち該クライオポンプ5の運転を開始する。バッフル20およびクライオパネル21が130Kと50Kの設定温度に達し、クライオポンプ内圧が10～3～10～4Paに入ったところで開閉バルブ10aを開き、真空室1内のガスをターボ分子ポンプ9のフォア側9aからクライオポンプ5に導入する。このときバルブ10bと28を開き、ターボ分子ポンプ26でクライオポンプ5内圧が1～0.1Paになるように調節する。このガス中のH<sub>2</sub>Oは1段側のバッフル20に凝縮し、Kr又はXeやCH<sub>4</sub>、CO<sub>2</sub>ガスが2段側のクライオパネル21に凝縮し、残りのガスは該ターボ分子ポンプ26および粗引きポンプ27により大気中に放出される。

【0015】該クライオポンプ5に予定量のKr、Xeが凝縮したら、開閉バルブ10a、10b、28を閉じて真空室1とターボ分子ポンプ26との接続関係を断ち、開閉バルブ12、14、16を開く。そしてクライオポンプ5の温度を徐々に上げ、その2段側のクライオパネル21が例え150Kになるまで昇温させる。これにより、クライオパネル21からKr及び又はXe、CH<sub>4</sub>、CO<sub>2</sub>が再蒸発し、ガス精製器6のゲッター材を介して希ガス貯留容器7へ流れ込み、該ゲッター材にCH<sub>4</sub>、CO<sub>2</sub>が吸着されるので、希ガス貯留容器6にはKr及び又はXeが貯留される。クライオポンプ5内圧が下がって希ガス貯留容器7よりも圧力が下がった場合は、バルブ11a、11bとバルブ12、13間にドライポンプを設けて加圧して希ガス貯留容器7に溜め込むこともできる。クライオパネル21が150Kに達したら、開閉バルブ12、14、16を閉じ、大気開放バルブ30を開いてクライオポンプ5の内部に大気を導入し、その内部を室温に戻すことで1段側のバッフル20に凝縮したH<sub>2</sub>Oを液体に戻し、ドレンバルブ29を介

して外部へ排出する。該ガス貯留容器7を真空室1に接続した場合は、回収した希ガスを真空室1で再使用できる。

【0016】以上の回収作動を行う間に、もう一方のクライオポンプ5の内部をターボ分子ポンプ26及び粗引きポンプ27を作動させて排気しておき、開閉バルブ10aを開じると同時に開閉バルブ11を開き、該もう一方のクライオポンプ5を運転することで、真空室1内を連続して排気でき、該クライオポンプ5に或る量の希ガスが溜め込まれたら、上記した操作を行なうことで希ガスを長時間に亘り回収できる。尚、クライオポンプ5、ガス精製器6、希ガス貯留容器7の数は、希ガス回収量に応じて任意の台数が設置される。また、該クライオポンプ5を図2のように真空室1に直接接続した場合も、その回収作動は上記の場合と特に異なる。

【0017】

【発明の効果】以上のように本発明によるときは、真空室内から放出され希ガスを含む一部のガスを、クライオポンプ内に一旦凝縮させ、これを再蒸発させて希ガス以外のガスを吸着するゲッター材を備えたガス精製器を通

10

20

過させ、通過した希ガスを希ガス貯留容器に貯留するので、ゲッター材の能力を増大させて長時間に亘る希ガスの回収を行える効果があり、この方法は、真空室に、複数の温度の異なる冷却面を有するクライオポンプと希ガスを捕捉しないゲッター材を用いたガス精製器及び希ガス貯留容器を接続し、該クライオポンプにその内圧を制御するターボ分子ポンプと粗引きポンプを接続することで、更には請求項3乃至5の構成とすることで、適切に実施できる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の実施の形態を示す線図

【図2】本発明の他の実施の形態を示す線図

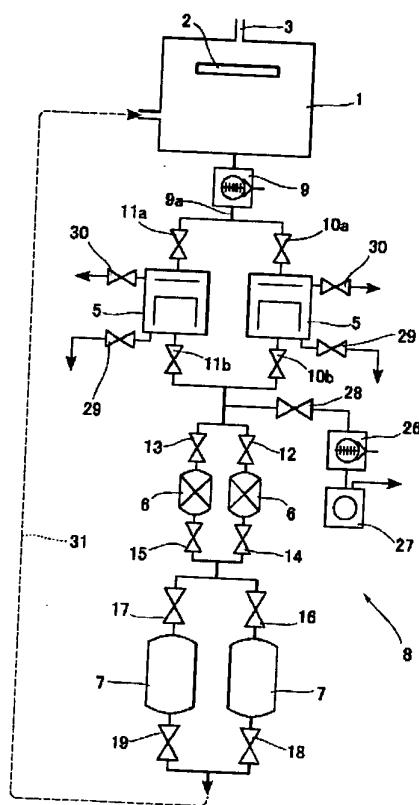
【図3】図1、図2のクライオポンプの具体的な説明図

【図4】各種ガスの平衡蒸気圧曲線図

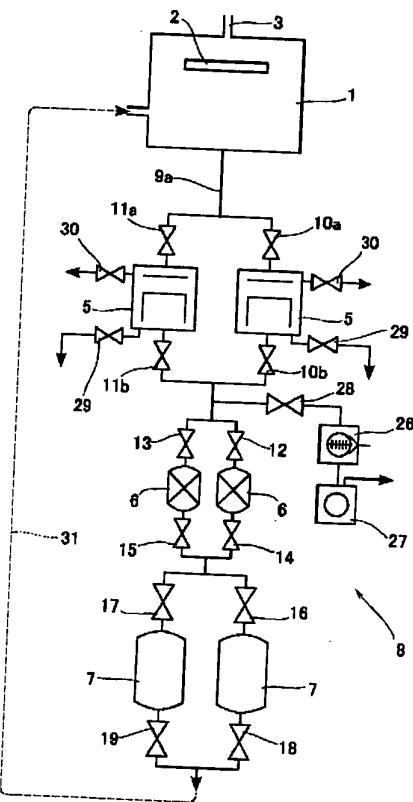
【符号の説明】

1 真空室、5 クライオポンプ、6 ガス精製器、7 希ガス貯留容器、9 ターボ分子ポンプ、9a フォア側、26 小型のターボ分子ポンプ、27 粗引きポンプ、

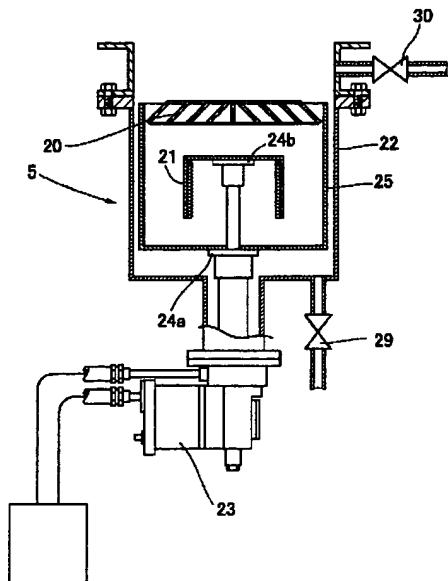
【図1】



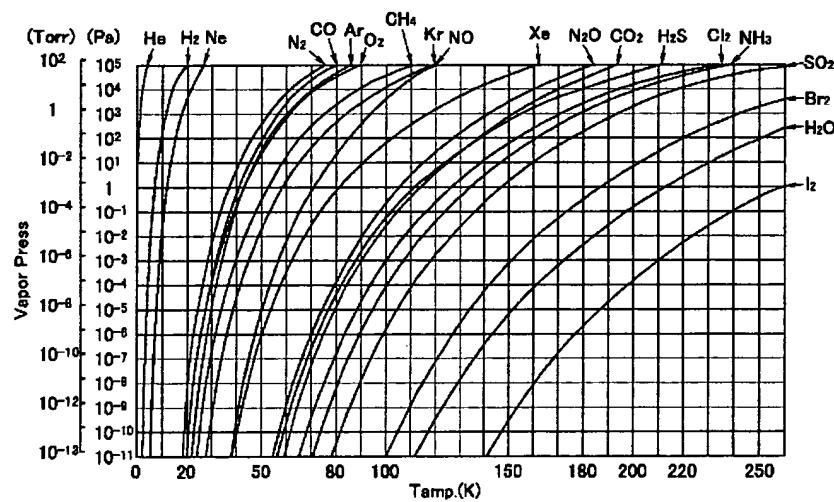
【図2】



【図3】



【図4】



フロントページの続き

F ターム(参考) 4D047 AA07 AB03 BA06 BB03 CA02  
 CA17 CA20 DA01 DB05  
 4K029 CA05 DA02  
 4K030 AA16 EA12 EA13 KA28

THIS PAGE BLANK (USPTO)